

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

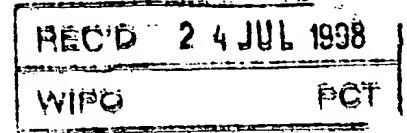
05.06.98

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1998年 4月28日



出 願 番 号
Application Number:

平成10年特許願第118457号

出 願 人
Applicant(s):

日産化学工業株式会社

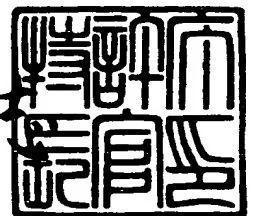
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1998年 7月 3日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

伴佐山 建志



出証番号 出証特平10-3056259

【書類名】 特許願

【整理番号】 3750000

【提出日】 平成10年 4月28日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A01N

【発明の名称】 水性懸濁農薬組成物

【請求項の数】 4

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県船橋市坪井町7-2-2番地1 日産化学工業株式会社
 中央研究所内

 【氏名】 塩 勝至

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県船橋市坪井町7-2-2番地1 日産化学工業株式会社
 中央研究所内

 【氏名】 鈴木 昭司

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県船橋市坪井町7-2-2番地1 日産化学工業株式会社
 中央研究所内

 【氏名】 松本 直樹

【特許出願人】

 【識別番号】 000003986

 【氏名又は名称】 日産化学工業株式会社

 【代表者】 柏木 史朗

 【電話番号】 0474-65-1120

【先の出願に基づく優先権主張】

 【出願番号】 平成 9年特許願第186553号

 【出願日】 平成 9年 7月11日

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005212

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

| | | |
|-----------|-----|---|
| 【物件名】 | 明細書 | 1 |
| 【物件名】 | 要約書 | 1 |
| 【プルーフの要否】 | 要 | |

【書類名】 明細書

【発明の名称】 水性懸濁農薬組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記の成分 (a)、成分 (b) および成分 (c) を含有する水性懸濁農薬組成物。

(a) β 型結晶の比率が 80 重量%以上であるエチル= (R) - 2 - [4 - (6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ) フェノキシ] プロピオナート

(b) 界面活性剤

(c) 水

【請求項 2】 成分 (a) が、 β 型結晶の比率が 85 重量%以上であるエチル= (R) - 2 - [4 - (6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ) フェノキシ] プロピオナートである請求項 1 記載の水性懸濁農薬組成物。

【請求項 3】 成分 (a) が、 β 型結晶の比率が 90 重量%以上であるエチル= (R) - 2 - [4 - (6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ) フェノキシ] プロピオナートである請求項 1 記載の水性懸濁農薬組成物。

【請求項 4】 水性懸濁組成物 100 重量部に対して、成分 (a) が 1~60 重量部、成分 (b) が 0.1~60 重量部および成分 (c) が 20~95 重量部である請求項 1 ないし 3 記載の水性懸濁農薬組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、エチル= (R) - 2 - [4 - (6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ) フェノキシ] プロピオナートを含有する保存安定性が良好な水性懸濁農薬組成物に関する。

【0002】

【従来の技術および課題】

エチル= (R) - 2 - [4 - (6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ) フェノキシ] プロピオナート (以下、キザロホップ-p-エチルという) は、低融点型結晶 (以下 α 型結晶という) と高融点型結晶 (以下 β 型結晶という) との 2

種類の結晶形の存在が知られている（特公平 4-76721 号公報）。

【0003】

キザロホップ-*p*-エチルは従来乳剤として取り扱われてきたが、有機溶剤を含有せずより安全性が高い水性懸濁組成物（フロアブル剤）が望まれている。しかしながら工業的に生産される α 型結晶のキザロホップ-*p*-エチルの微粉末を用いて水性懸濁組成物を製造した場合、製造後に 50℃ で 30 日間の過酷な条件下で保存すると保存中にこの水性懸濁組成物の流動性が悪化する現象が認められることがあり、保存安定性の更なる向上が求められていた。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは前記課題を解決すべく鋭意研究した結果、 β 型結晶の比率が少なくとも 80 重量%以上であるキザロホップ-*p*-エチル、界面活性剤および水を含有する水性懸濁農薬組成物が、保存安定性が非常に良好であることを発見し本発明を完成させた。すなわち、本発明は、下記〔1〕～〔4〕に関するものである。

〔1〕 下記の成分（a）、成分（b）および成分（c）を含有する水性懸濁農薬組成物。

【0005】

（a） β 型結晶の比率が 80 重量%以上であるエチル=（R）-2-〔4-（6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ）フェノキシ〕プロピオナート

（b） 界面活性剤

（c） 水

〔2〕 成分（a）が、 β 型結晶の比率が 85 重量%以上であるエチル=（R）-2-〔4-（6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ）フェノキシ〕プロピオナートである上記〔1〕記載の水性懸濁農薬組成物。

〔3〕 成分（a）が、 β 型結晶の比率が 90 重量%以上であるエチル=（R）-2-〔4-（6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ）フェノキシ〕プロピオナートである上記〔1〕記載の水性懸濁農薬組成物。

〔4〕 水性懸濁組成物 100 重量部に対して、成分（a）が 1～60 重量部、成

分 (b) が 0.1 ~ 60 重量部および成分 (c) が 20 ~ 95 重量部である上記
〔1〕ないし〔3〕記載の水性懸濁農薬組成物。

【0006】

【発明の実施の形態】

本発明の水性懸濁農薬組成物で用いるキザロホップー p-エチルは、該農薬組成物の保存安定性の面から β 型結晶の比率が 80 重量%以上であることが好ましいが、より好ましくは 85 重量%以上、更に好ましくは 90 重量%以上である。 β 型結晶の比率が 80 重量%未満であると、水性懸濁農薬組成物を 50℃で 30 日間等の過酷な条件下で保存したときに、該組成物中でキザロホップー p-エチルの粒子径が大きくなったり（以下粒子成長という）、該組成物の流動性が悪化することがある。粒子成長は除草効果上好ましくなく、流動性の悪化は使用上好ましくない。

【0007】

キザロホップー p-エチルには、示差走査熱量測定において、74℃付近に吸熱ピークをもつ板状結晶である α 型結晶（低融点型結晶）と 80℃付近に吸熱ピークをもつ針状結晶である β 型結晶（高融点型結晶）が知られている。

キザロホップー p-エチルの 2 つの結晶形は、粉末 X 線回折、示差走査熱量測定および顕微鏡観察により容易に判別できる。

【0008】

2 つの結晶形の特徴を以下に示す。

【0009】

【表 1】

| | 融点 | 結晶形状 | 特徴的な X 線回折ピーク |
|--------------|----------|------|------------------------|
| α 型結晶 | 74 ~ 76℃ | 板状 | $2\theta = 4.36, 8.68$ |
| β 型結晶 | 80 ~ 82℃ | 微細針状 | $2\theta = 5.32, 6.38$ |

【0010】

α 型結晶と β 型結晶の重量比率は、示差走査熱量測定におけるそれぞれの吸熱ピークの面積比と近似するため、 α 型結晶と β 型結晶の重量比率はそれぞれの吸

熱ピークの面積比から求めることができる。

β 型結晶の比率が 80 重量%以上であるキザロホップ p -エチルを得る方法としては、特に限定されるものではないが、例えば特公平 4-76721 号公報に記載されている方法が挙げられる。また、当該方法により、 β 型結晶を任意の比率で含有するキザロホップ p -エチルを得ることができる。

【0011】

また、本発明では、キザロホップ p -エチルに代えてプロパキザホップ (propaquizafop/一般名)、キザロホップ p -テフリル (quizalofop-p-tefuryl/一般名) およびフェノキサプロップ p -エチル (fenoxaprop-ethyl/一般名) 等のジフェニルエーテル系除草剤を用いてもよい。この場合、 β 型結晶は高融点型結晶を意味し、 α 型結晶は低融点型結晶を意味する。

【0012】

本発明に使用できる界面活性剤としては、特に制限はなく従来より農業製剤分野において使用される種々のアニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤等が用いられる。以下にその例を挙げるが本発明では、ここに例示のものに限らない。

アニオン性界面活性剤としては、アルキルスルホン酸、アルキルオレフィンスルホン酸、リグニンスルホン酸、アルキルベンゼンスルホン酸、アルキルナフタレンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物およびジアルキルスルホサクシネート等のスルホン酸系界面活性剤ならびにそれらの塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルサルフェート、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテルサルフェート、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテルサルフェート、ポリオキシエチレンフェニルアルキルアリルエーテルサルフェート、ポリオキシアルキレングリコールサルフェート、高級アルコールサルフェートおよび脂肪酸エステルサルフェート等のサルフェート系界面活性剤ならびにそれらの塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルホスフェート、ポリオキシエチレンアルキルアリルホスフェート、ポリオキシエチレンフェニルアルキルアリルエーテルホスフェート、高級アルコールホスフェートおよびポリオキシエチレントリベンジルフェノールホスフェート等のホスフェート系界面活性剤ならびにそれらの塩等を

挙げることができる。上記の塩としては、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、アンモニウム、エタノールアミン、ジエタノールアミンおよびトリエタノールアミン等の塩が挙げられる。

【0013】

非イオン性界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンフェニルアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリオキシアルキレングリコール、アルキンジオール（アセチレングリコール）、アルキニレンポリオキシエチレンジオール、ソルビタン脂肪酸エステルおよびアルキルアリルエーテルホルマリン縮合物等を挙げることができる。

【0014】

これら界面活性剤は一種または二種以上混合してもよく、混合する場合の比も自由に選択できる。

本発明の水性懸濁農薬組成物中において、 β 型結晶の比率が80重量%以上であるキザロホップ-p-エチルの含有量は、特に限定されるものではないが、該組成物100重量部に対し、通常1～60重量部、好ましくは3～50重量部である。界面活性剤の含有量は、通常0.1～60重量部であり、好ましくは0.3～50重量部である。水の含有量は、通常20～95重量部である。

【0015】

本発明には更に以下の農薬活性成分を含有することができる。

例えば、ジフルフェニカン（Diflufenican／一般名）、プロパニル（Propanil／一般名）、ジカンバ（Dicamba／一般名）、ピクロラム（Picloram／一般名）、2,4-D（一般名）、2,4-DB（一般名）、2,4-DP（一般名）、フルロキシピル（Fluroxypyr／一般名）、MCPA（一般名）、MCPP（一般名）、トリクロピル（Triclopyr／一般名）、ジクロホップメチル（Diclofop-methyl／一般名）、フェノキサプロップエチル（Fenoxaprop-ethyl／一般名）、フルアジホップブチル（Fluazifop-buthyl／一般名）、ハロキシフオップメチル（

Haloxyp-methyl／一般名)、クロリダゾン (Chloridazon／一般名)、ノルフルラゾン (Norflurazon／一般名)、クロルプロパム (Chlorpropham／一般名)、デスメジパム (Desmedipham／一般名)、フェンメジパム (Phenmedipham／一般名)、プロパム (Propham／一般名)、アラクロル (Alachlor／一般名)、アセトクロル (Acetochlor／一般名)、ブタクロル (Butachlor／一般名)、メタザクロル (Metazachlor／一般名)、メトラクロル (Metolachlor／一般名)、プレチラクロル (Pretilachlor／一般名)、プロパクロル (Propachlor／一般名)、オリザリン (Oryzalin／一般名)、ペンジメタリン (Pendimethalin／一般名)、トリフルラリン (Trifluralin／一般名)、アシフルオルフェン (Acifluorfen／一般名)、

【0016】

ビフェノックス (Bifenox／一般名)、フルオログリコフェン (Fluoroglycofen／一般名)、フォメサフェン (Fomesafen／一般名)、ハロサフェン (Halosafen／一般名)、ラクトフェン (Lactofen／一般名)、オキシフルオルフェン (Oxyfluorfen／一般名)、クロルトロン (Chlortoluron／一般名)、ジウロン (Diuiron／一般名)、フルオメトロン (Fluometuron／一般名)、イソプロトロン (Isoproturon／一般名)、リニュロン (Linuron／一般名)、メタベンズチアズロン (Metabenzthiazuron／一般名)、レナシル (Lenacil／一般名)、ブロマシル (Bromacil／一般名)、イマザピル (Imazapyr／一般名)、イマザキン (Imazaquin／一般名)、イマゼタピル (Imazethapyr／一般名)、イマザメタベンズ (Imazamethabenz／一般名)、イマザモックス (Imazamox／一般名)、アロキシジム (Alloxydim／一般名)、クレトジム (Clethodim／一般名)、シクロキシジム (Cycloxydim／一般名)、セトックスジム (Sethoxdim／一般名)、タルコキシジム (Talkoxydim／一般名)、ブロモキシニル (Bromoxynil／一般名)、ジクロベニル (Dichlobenil／一般名)、イオックスニル (Ioxnil／一般名)、メフェナセツト (Mefenacet／一般名)、アミドスルフロン (Amidosulfuron／一般名)、ベンスルフロンメチル (Bensulfuron-methyl／一般名)、クロリムロンエチル (Chlorimuron-ethyl／一般名)、クロルスルフロン (Chlorsulfuron／一般名)、

【0017】

シノスルフロン (Cinosulfuron/一般名)、メトスルフロンメチル (Metsulfuron-methyl/一般名)、ニコスルフロン (Nicosulfuron/一般名)、プリミフルフロン (Primisulfuron/一般名)、プロスルフロン (Prosulfuron/一般名)、ハロスルフロンメチル (Halosulfuron-methyl/一般名)、チフェンスルフロンメチル (Thifensulfuron-methyl/一般名)、トリアスルフロン (Triasulfuron/一般名)、トリベニユロンメチル (Tribenuron-methyl/一般名)、ブチレート (Butylate/一般名)、シクロエート (Cycloate/一般名)、ジアレート (Diallate/一般名)、E P T C (一般名)、エスプロカルブ (Esprocarb/一般名)、モリネート (Molinate/一般名)、プロスルホカルブ (Prosulfocarb/一般名)、チオベンカルブ (Thiobencarb/一般名)、トリアレート (Triallate/一般名)、アトラジン (Atrazine/一般名)、シアナジン (Cyanazine/一般名)、シマジン (Simazine/一般名)、シメトリン (Simetryne/一般名)、テルブトリン (Terbutryn/一般名)、テルブチラジン (Terbutylazin/一般名)、ヘキサジノン (Hexazinon/一般名)、メタミトロン (Metamitron/一般名)、メトリブジン (Metribuzin/一般名)、アミノトリアゾール (Aminotriazole/一般名)、ベンフレセート (Benfuresate/一般名)、ベントゾン (Bentazon/一般名)、シンメチリン (Cinmethylin/一般名)、クロマゾン (Clomazone/一般名)、

【0018】

クロピラリド (Clopyralid/一般名)、ジフェンゾコート (Difenzoquat/一般名)、ジチオピル (Dithiopyl/一般名)、エトフマセート (Ethofumasate/一般名)、フルオロクロリドン (Fluorochloridone/一般名)、グルホシネート (Glufosinate/一般名)、グリホサート (Glyphosate/一般名)、イソキサベン (Isoxaben/一般名)、パラコート (Paraquat/一般名)、ピリデート (Pyridate/一般名)、キンクロラック (Quinclorac/一般名)、キンメラック (Quinmerac/一般名)、スルホセート (Sulphosate/一般名)、トリジファン (Tridiphan/一般名)、フルメトスラム (Flumetsulam/一般名)、フルチアセットメチル (Fluthiacet-methyl/一般名)、スルフエントラゾン (Sulfentrazone/一般名)、カルフェントラゾン (Carfentrazone/一般名)、ジメテナミド (Dimeth

namid／一般名)、イソキサフルトール (Isoxaflutole／一般名)、オキサスルフロン (Oxasulfuron／一般名)、クロランスラムメチル (Cloransulam-methyl／一般名)、フルミクロラックペンチル (Flumiclorac-penthyll／一般名)、フルチアミド (Fluthiamide／一般名)、アクロニフェン (Aclonifen／一般名) およびベナゾリン (Benazolin／一般名) 等があげられる。

【0019】

これらの農薬活性成分は1種または2種以上混合してもよく、混合する場合の比も自由に選択できる。本発明組成物中の添加量は適宜選択できるが、好ましくは0.1～50重量部の範囲で選択することができる。

本発明組成物における含有できる各種補助剤としては、増粘剤、凍結防止剤、消泡剤、防菌防黴剤および着色剤等があり、下記のものが挙げられる。

【0020】

本発明組成物で用いられる増粘剤は、特に制限はなく、有機、無機の天然物、合成品および半合成品を用いることができ、例えば、ザンサンガム (キサンタンガム)、ウェランガムおよびラムザンガム等のヘテロ多糖類、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸ナトリウムおよびポリアクリルアミド等の水溶性高分子化合物、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキシエチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースおよびヒドロキシプロピルセルロース等のセルロース誘導体、モンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト、ベントナイト、ラポナイトおよび合成スメクタイト等のスメクタイト系粘土鉱物等を例示することができる。これらの増粘剤は一種または二種以上混合してもよく、混合する場合の比も自由に選択できる。これらの増粘剤はそのまま添加してもよく、またあらかじめ水に分散させたものを添加しても良い。また、本発明組成物に添加する際の添加量も自由に選択することができる。

【0021】

本発明組成物は、必要に応じて凍結防止剤を用いることができる。用いることができる凍結防止剤としては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコールおよびプロピレングリコール等を加えることができる。また、本発明組成物に

添加する際の添加量も自由に選択することができる。

更にシリコン系エマルジョン等の消泡剤、防菌防黴剤および着色剤等を配合してもよい。防菌防黴剤としては、種々の物を用いることができるが、例えば安息香酸およびその塩、プロクセルGXL（アイ・シー・アイ社製）ならびにプロクセルXL-2（アイ・シー・アイ社製）等の物を用いることができる。この他にも種々の防菌防黴剤から適宜選択できる。また、本発明組成物に添加する際の添加量も自由に選択することができる。

【0022】

本発明組成物の製法としては、例えば界面活性剤を添加混合した水中に本発明組成物に含まれる固体成分を混合し、サンドグラインダー等の湿式粉碎機で微粒化処理したものに増粘剤等他の補助剤を添加混合する方法が挙げられる。

【0023】

【実施例】

次に、本発明組成物の製剤の実施例および比較に用いた水性懸濁農薬組成物の製剤の比較例を説明する。実施例および比較例中で「部」は重量部を示す。なお本発明がこれら実施例に限定されるものでない。

【0024】

〔実施例1〕

1. 粉碎スラリーの調製

水59.35部にソルポール3353（ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテルとポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレンブロックポリマーとの混合物／東邦化学工業（株） 商品名）4.5部、アンチホームE-20（シリコン系消泡剤／花王（株） 商品名）0.15部を溶解させ、これにキザロホップ-p-エチル（β型結晶の比率：100重量%）36部を分散させ、1.0～1.5mmφガラスビーズ300gを用いてサンドグラインダー（アイメックス（株）製）で2000rpm、冷却水温度＝10～15℃、品温＝10～20℃に保ち、120分湿式粉碎し、粉碎スラリーを得た。

2. 分散媒の調製

水67.48部にバンゲル（スメクタイト系粘土鉱物質／増粘剤／R. T. VAN

DERBILT社製 商品名) 2.25部、キサンタンガム0.14部、プロキセルGXL (アイ・シー・アイ社製、商品名) 0.14部の順に分散させ、さらにプロピレングリコール30部を添加して分散媒を得た。

【0025】

3. 水性懸濁農薬組成物の調製

上記粉碎スラリーと分散媒を2:1の割合で混合して均一な水性懸濁農薬組成物を得た。

4. 水性懸濁組成物中におけるキザロホップ-p-エチルの結晶形の確認

得られた水性懸濁農薬組成物から約3gを取り、約60mlの水に懸濁させた後、遠心分離器(国産遠心機(株)製H-300型 3000rpm×15分)にかけ上澄みを除去する。得られた沈降物を約60mlの水に懸濁させ再び遠心分離器にかける。この水洗操作を6回繰り返す。得られた沈降物を濾紙状に広げ、これをデシケータ内で約20時間乾燥したものを3~5mg秤取り示差走査熱量測定(マックサイエンス社製示差走査熱量3100 昇温速度=1℃/分、サンプリング/0.3秒)を行った。示差走査熱量測定における α 型結晶と β 型結晶の吸熱ピークの面積比から、キザロホップ-p-エチル中の β 型結晶の比率を求めたところ100重量%であった。

【0026】

〔実施例2~5〕

実施例1の方法に従い、キザロホップ-p-エチル中の β 型結晶の比率が80重量%以上である水性懸濁農薬組成物を得た(実施例2:96%、実施例3:90%、実施例4:85%、実施例5:80%)。

【0027】

〔実施例6〕

キザロホップ-p-エチル(β 型結晶の比率:100重量%)を用い、ソルボール3353 4.5部をソフロフォルFL(ポリオキシエチレントリスチリルフェニルエーテルリン酸塩/ローヌ・プーラン(株) 商品名)4.5部に変えた以外は実施例1と同一の方法により、水性懸濁農薬組成物を調製した。得られた水性懸濁農薬組成物中のキザロホップ-p-エチルは、 β 型結晶の比率が100重

量%であった。

【0028】

〔実施例7〕

1. 粉碎スラリーの調製

水43.62部にプロピレングリコール6.25部、ソルポール3353 3.75部、ノ
プロコ8034L（シリコン系消泡剤／サンノプロコ（株） 商品名）0.13部を溶
解させ、これにキザロホップー p-エチル（β型結晶の比率：100重量%）46
.25部を分散させ、1.0～1.5mmφ ガラスビーズ300gを用いてサンドグラインダー
で2000rpm、冷却水温度=5～10℃、品温=10～20℃に保ち、120分湿式粉碎し、
粉碎スラリーを得た。

2. 分散媒の調製

水99.5部にラムザンガム0.25部、プロキセルXL-2（アイ・シー・アイ社製
、商品名）0.25部の順に分散させ、分散媒を得た。

3. 水性懸濁農薬組成物の調製

上記粉碎スラリーと分散媒を4：1の割合で混合して均一な水性懸濁農薬組成
物を得た。得られた水性懸濁農薬組成物中のキザロホップー p-エチルは、β型
結晶の比率が100重量%であった。

【0029】

〔実施例8〕

実施例7の方法に従い、キザロホップー p-エチル中のβ型結晶の比率が96
重量%である水性懸濁農薬組成物を得た。

【0030】

〔実施例9〕

1. 粉碎スラリーの調製

水35.44部にプロピレングリコール5.56部、ソルポール3353 3.33部、ノブ
コ8034L 0.11部を溶解させ、これにキザロホップー p-エチル（β型結晶
の比率：100重量%）55.56部を分散させ、1.0～1.5mmφ ガラスビーズ300gを
用いてサンドグラインダーで2000rpm、冷却水温度=5～10℃、品温=10～20℃に
保ち、120分湿式粉碎し、粉碎スラリーを得た。

2. 分散媒の調製

水99.5部にウエランガム0.25部、プロキセルGXL 0.25部の順に分散させ、分散媒を得た。

3. 水性懸濁農薬組成物の調製

上記粉碎スラリーと分散媒を9：1の割合で混合して均一な水性懸濁農薬組成物を得た。得られた水性懸濁農薬組成物中のキザロホップー p-エチルは、 β 型結晶の比率が100重量%であった。

【0031】

〔比較例1～4〕

実施例1の方法に従い、キザロホップー p-エチル中の β 型結晶の比率が80重量%未満である水性懸濁農薬組成物を得た（比較例1：78%、比較例2：38%、比較例3：10%、比較例4：0%）。

【0032】

〔試験例〕

実施例1～9および比較例1～4で得られた水性懸濁農薬組成物の粒子径と粘度を測定し、更にこれらを50ml容のバイアル瓶にいれ、50℃の恒温槽で30日間保存した後の粒子径と粘度を測定した。

1. 粒子径の測定方法

レーザー回折方式粒子サイズアナライザーLS-130（（株）コールター社製）を用い、光学モデルとしてgarnet.ondを用いたときの体積中位径（ d_{50} ）の値（ μm ）を測定した。

2. 粘度の測定方法

粘度計DV-III（（株）ブルックフィールド社製）を用い、No.2ローター、30rpm、25℃での粘度を測定した。

【0033】

結果を第1表に示す。但し、表中の記号は以下の意味を表す

A：水性懸濁組成物におけるキザロホップー p-エチル中の β 型結晶の比率（重量%）

B：製造直後の水性懸濁組成物中のキザロホップー p-エチル粒子の体積中位径

(μm)

C : 製造直後の水性懸濁組成物の粘度 (c p s)

D : 50℃×30日後の水性懸濁組成物中の粒子の体積中位径 (μm)

E : 50℃×30日後の水性懸濁組成物の粘度 (c p s)

【0034】

【表2】

第1表

| | 製造直後の物理性 | | | 50℃×30日後の物理性 | |
|-------|----------|-----|-----|--------------|-------|
| | A | B | C | D | E |
| 実施例 1 | 100 | 1.3 | 180 | 1.9 | 248 |
| 実施例 2 | 96 | 1.4 | 213 | 1.8 | 321 |
| 実施例 3 | 90 | 1.2 | 167 | 2.0 | 252 |
| 実施例 4 | 85 | 1.3 | 216 | 2.2 | 279 |
| 実施例 5 | 80 | 1.3 | 193 | 2.4 | 332 |
| 実施例 6 | 100 | 1.1 | 178 | 1.6 | 232 |
| 実施例 7 | 100 | 1.0 | 202 | 1.7 | 185 |
| 実施例 8 | 96 | 1.2 | 227 | 1.6 | 178 |
| 実施例 9 | 100 | 1.3 | 451 | 2.1 | 337 |
| 比較例 1 | 78 | 1.2 | 178 | 4.3 | >1000 |
| 比較例 2 | 38 | 1.4 | 201 | 5.8 | >1000 |
| 比較例 3 | 10 | 1.1 | 194 | 4.9 | >1000 |
| 比較例 4 | 0 | 1.2 | 225 | 5.2 | >1000 |

【0035】

上表から、キザロホップー p-エチルのβ型結晶の比率が80重量%以上であれば、50℃で30日間の苛酷な保存条件下でも、水性懸濁組成物の流動性が良好なため取り扱いが容易であり、またキザロホップー p-エチルの粒子成長が小さい

ので除草活性も良好であり、保存安定性が優れていることが分かる。

【0036】

【発明の効果】

本発明の水性懸濁農薬組成物は、苛酷な保存条件下でも水性懸濁組成物の流動性が良好であり、またキザロホップー p-エチルの粒子成長も小さく、保存安定性が良好である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 保存安定性が良好である水性懸濁農薬組成物を提供する。

【解決手段】 下記の成分（a）、成分（b）および成分（c）を含有する水性懸濁農薬組成物。

（a） β 型結晶の比率が80重量%以上であるエチル=（R）-2-〔4-（6-クロロキノキサリン-2-イルオキシ）フェノキシ〕プロピオナート

（b）界面活性剤

（c）水

【選択図】 なし

【書類名】

職権訂正データ

【訂正書類】

特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000003986

【住所又は居所】

東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1

【氏名又は名称】

日産化学工業株式会社

特平10-118457

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000003986]

1. 変更年月日

1990年 8月29日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1

氏 名

日産化学工業株式会社